

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/019239

International filing date: 22 December 2004 (22.12.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-000685
Filing date: 05 January 2004 (05.01.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 24 February 2005 (24.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

27.12.2004

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2004年 1月 5日

出願番号
Application Number: 特願 2004-000685

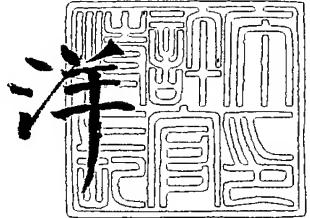
[ST. 10/C]: [JP 2004-000685]

出願人
Applicant(s): 株式会社堀場製作所
独立行政法人産業技術総合研究所
株式会社ルネサステクノロジ
ローム株式会社

2005年 2月 14日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願
【整理番号】 166-064
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C23C 16/00
【発明者】
【住所又は居所】 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀場製作所
【氏名】 富永 浩二
【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東1-1-1 独立行政法人産業技術総合研究所
【氏名】 安田 哲二
【発明者】
【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目4番1号丸の内ビル 株式会社ルネ
【氏名】 生田目 俊秀
【発明者】
【住所又は居所】 京都府京都市右京区西院溝崎町21番地 ローム株式会社内
【氏名】 岩本 邦彦
【特許出願人】
【持分】 40/100
【識別番号】 000155023
【氏名又は名称】 株式会社堀場製作所
【特許出願人】
【持分】 20/100
【識別番号】 301021533
【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所
【特許出願人】
【持分】 20/100
【識別番号】 000005108
【氏名又は名称】 株式会社ルネサステクノロジ
【特許出願人】
【持分】 20/100
【識別番号】 000116024
【氏名又は名称】 ローム株式会社
【代理人】
【識別番号】 100121441
【弁理士】
【氏名又は名称】 西村竜平
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 192752
【納付金額】 16,800円
【その他】 国等以外のすべての者の持分の割合 80/100 国等の委託
 研究の成果に係る特許出願（平成14年度新エネルギー・産業技術総合開発機構「次世代半導体材料・プロセス基盤技術開発」委託研究、産業活力再生特別措置法第30条の適用をうけるもの）
【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1

【物件名】

要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

成膜室と、

前記成膜室へ原料ガスを供給する原料ガス供給配管と、

前記成膜室へ反応性ガスを供給する反応性ガス供給配管と、

前記原料ガス及び前記反応性ガスをページするページガスを供給するページガス供給配管とを備え、

前記原料ガスの供給又は反応性ガスの供給とページとを交互に行うことにより、前記成膜室内で基板上に薄膜を成膜する成膜装置であって、

前記原料ガス供給配管の一部又は全部に設定され、前記原料ガスの非供給時に前記原料ガスを封入し得る、一定容積を有した中間配管、及び／又は

前記反応性ガス供給配管の一部又は全部に設定され、前記反応性ガスの非供給時に前記反応性ガスを封入し得る、一定容積を有した中間配管を備えていることを特徴とする成膜装置。

【請求項 2】

前記中間配管の入口及び出口に開閉バルブを設け、前記中間配管を構成する管体の断面積及び前記各バルブ間の距離により前記中間配管の容積を規定する請求項 1 記載の成膜装置。

。

【請求項 3】

前記開閉バルブが三方バルブである請求項 2 記載の成膜装置。

【請求項 4】

前記ページガス供給配管を、前記中間配管が設定されている前記原料ガス供給配管及び／又は反応性ガス供給配管に接続し、前記中間配管に封入された原料ガス及び／又は反応性ガスをページガスにより押し出すことで前記成膜室へ供給するように構成した請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の成膜装置。

【請求項 5】

前記原料ガス及び／又は反応性ガスの前記成膜室への供給を 0.1 ~ 2 秒で行う請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載の成膜装置。

【請求項 6】

前記原料ガス供給配管及び前記反応性ガス供給配管にガスの濃度を調整するための濃度調整手段を接続し、その各濃度調整手段が各々のガスの濃度を成膜する基板面積に対し $0.15 \times 10^{-6} \text{ mol/cm}^2$ 以上で供給するように調整した請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の成膜装置。

【請求項 7】

前記原料ガス供給配管及び反応性ガス供給配管を前記成膜室に対して各々独立に接続した請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載の成膜装置。

【請求項 8】

前記成膜室内を 2 秒以下で、原料ガス及び／又は反応性ガスの濃度が $1/1000$ 以下となるようにページするようにした請求項 1 乃至 7 記載のいずれかに記載の成膜装置。

【請求項 9】

成膜室と、

前記成膜室へ原料ガスを供給する原料ガス供給配管と、

前記成膜室へ反応性ガスを供給する反応性ガス供給配管と、

前記原料ガス及び前記反応性ガスをページするページガスを供給するページガス供給配管とを利用し、

前記原料ガスの供給又は反応性ガスの供給とページとを交互に行うことにより、前記成膜室内で基板上に薄膜を成膜する成膜方法であって、

前記原料ガス供給配管の一部又は全部に、一定容積を有する中間配管を設定し、前記原料ガスの非供給時に前記中間配管へ前記原料ガスを封入し、及び／又は、

前記反応性ガス供給配管の一部又は全部に、一定容積を有する中間配管を設定し、前記反

応性ガスの非供給時に前記中間配管へ前記反応性ガスを封入することを特徴とする成膜方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】成膜装置と成膜方法

【技術分野】

【0001】

半導体装置などを構成する、金属酸化膜、金属窒化膜、および金属酸窒化膜を成膜するために用いる原子層制御成膜装置

【背景技術】

【0002】

ALD (A t o m i c L a y e r D e p o s i t i o n) は、絶え間なく物質を流し込むことで連続的に膜を堆積させるCVDに対して、単層をなす物質からなる膜を逐次個別に堆積させる方法であり、厳密に管理された層を堆積させることに優れている。基板の堆積を行う表面を、原料ガスと、原料ガスと反応する反応性ガスとに交互にさらすことにより成膜するが、このステップの間の、異なるガスを導入する前には一旦不活性ガスなどのバージガスによって成膜室内部をガス置換する手順等を要する。

【特許文献1】特開2001-152339

【特許文献2】特開2003-226970

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

このようなガス置換操作により、成膜に要する時間が長くなりスループットが悪化する問題がある。また、バージガスによる成膜室内部のガス置換が不充分である場合、原料ガスの残ガスと反応性ガスの残ガスとが成膜室内部で反応し、パーティクル（気相中の核生成）が発生する。これにより膜質が悪化する問題がある。

【0004】

そこで本発明は、成膜工程におけるスループットを改善すると同時にパーティクルの発生による膜質の悪化を防ぎ、更にガス量を厳密に管理することにより膜質を向上させ、良質な薄膜を低成本で生産することをその主たる所期課題とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0005】

成膜室と、前記成膜室へ原料ガスを供給する原料ガス供給配管と、前記成膜室へ反応性ガスを供給する反応性ガス供給配管と、前記原料ガス及び／又は前記反応性ガスをバージするバージガスを供給するバージガス供給配管とを備え、前記原料ガスの供給又は反応性ガスの供給とバージとを交互に行うことにより、前記成膜室内で基板上に薄膜を成膜する成膜装置であって、前記原料ガス供給配管の一部又は全部に設定され、前記原料ガスの非供給時に前記原料ガスを封入し得る、一定容積を有した中間配管、及び／又は前記反応性ガス供給配管の一部又は全部に設定され、前記反応性ガスの非供給時に前記反応性ガスを封入し得る、一定容積を有した中間配管を備えていることで、原料ガス又は反応性ガスの非供給時に当該ガスの封入を予め行い、成膜に必要なガスの供給に要する時間を短くすることが可能となり、成膜のスループットを大幅に改善させることができる。

【0006】

具体的には、中間配管は、その入口及び出口に開閉バルブを設けることにより原料ガス又は反応性ガスを封入可能に設定することが好ましく、また、既知である一定容積の中間配管により、配管内のガス量を管理することで膜質の向上が可能となる。

【0007】

更に中間配管の入口及び出口に設けた開閉バルブが3つのポートを有し、電磁力で高速に駆動する電磁バルブである3方電磁バルブ等の3方バルブであれば、成膜に要する時間を短縮し、成膜のスループットを改善させることができ、また配管内のガスの淀みをなくし、パーティクルの発生を抑えることができる。

【0008】

バージガス供給配管を、前記中間配管を設定した前記原料ガス供給配管及び／又は反応

性ガス供給配管に接続し、前記中間配管に封入された原料ガス及び／又は反応性ガスをページガスにより押し出すことで前記成膜室へ供給するように構成することで、原料ガス又は反応性ガスのページ時に中間配管内の原料ガスを成膜室へ残らず導くことが可能であることから、成膜室へ供給される原料ガス又は反応性ガスの量を厳密に管理でき、中間配管の出口からより成膜室側に位置する原料ガス又は反応性ガス供給配管をページすることで供給配管内でのパーティクルの発生を防ぐことが出来る。また、ページガスの供給開始までに要する時間と、当該中間配管へ封入されたガスの供給に要する時間とを重ねることで見かけの原料ガス又は反応性ガス供給に要する時間を無くし、成膜のスループットを大幅に改善させることができる。

【0009】

また、前記原料ガス及び／又は反応性ガスの前記成膜室への供給を0.1～2秒で行うようにしている。すなわち、原料ガス又は反応性ガスを中間配管から、成膜室にページガスで送り出す場合、中間配管入口と成膜室までのつなぎ部分の配管径および長さ等から求められる容積を、ページガス流量によって、0.1秒～2秒で置換できるよう調整する。これによって、原料ガス及び／又は反応性ガスを中間配管から短時間でページすることが可能となり、パーティクルの発生を抑えながら、成膜のスループットを大幅に改善させることができる。

【0010】

中間配管を設定した前記原料ガス供給配管及び／又は前記反応性ガス供給配管にガスの濃度を調整するための濃度調整手段を接続し、その各濃度調整手段がそれぞれのガスの濃度を成膜する基板面積に対し $0.15 \times 10 - 6 \text{ mol/cm}^2$ 以上で供給するように調整することで、高品位な薄膜を短時間で堆積することが出来る。

【0011】

原料ガス供給配管及び反応性ガス供給配管を成膜室に対して独立に接続することで、配管内部に付着したガス分子の反応を防ぎ、パーティクルの発生を抑えることが出来る。

【0012】

成膜室内部をページガスによって置換する場合、2秒以下で原料ガス及び／又は反応性ガスの濃度が $1/1000$ 以下になるように成膜室内部の体積又はページガスの流量等を調整することによって成膜室内をページガスで短い時間で完全に置換させることができる。これによって、パーティクルを発生させることなく、成膜のスループットを改善することができるようになる。

【発明の効果】

【0013】

本発明によって、パーティクルの発生しない良質な薄膜を、短時間で成膜することができる。これによって成膜のスループットを改善することができ、成膜による製品群のコストを下げることが可能となる。特に半導体装置において、本発明の成膜装置および方法を用いることで良質なゲート絶縁膜、ゲート電極膜および、キャパシタ絶縁膜を、スループットも非常に成膜することが可能となり、製品にコストを下げることが可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

本実施形態に係る成膜装置は、成膜室と、前記成膜室へ原料ガスを供給する原料ガス供給配管と、前記成膜室へ反応性ガスを供給する反応性ガス供給配管と、前記原料ガス又は前記反応性ガスをページするページガスを供給するページガス供給配管とを備え、前記原料ガスの供給又は反応性ガスの供給とページとを交互に行うことにより、前記成膜室内で半導体基板上に薄膜を成膜するものである。

【0015】

前記原料ガス供給配管の一部に、一定容積を有する中間配管として原料ガス中間配管22を、前記反応性ガス供給配管の一部に、一定容積を有する中間配管として反応性ガス中間配管12を設けてある。

【0016】

ここでは、原料ガスにTMA（トリメチルアルミニウム）：A1（CH3）3を用い、反応性ガス原料にはH2Oを用い、Si基板82上に薄膜としてAl2O3膜を堆積し成膜を行う例を示す。またバージガスおよびキャリアガスとしてArガスを用いている。

【0017】

図1に装置の概略を示す。

【0018】

本成膜装置はキャリアガスおよびバージガスとしてArガスを送出する3つのマスプローラー（MFCと略す）m1, m2, m3と、反応性ガス原料62であるH2Oを貯えた反応性ガスタンク6と、原料ガス原料72であるTMAを貯えた原料ガスタンク7と、薄膜を成膜する成膜室8と、各ガスを吸引するため、および成膜室内を減圧に保つためのポンプ9とを備えている。

【0019】

以下に各部を詳細に示す。

【0020】

MFC m1, m2, m3はキャリアガス又はバージガスの流量を制御しており、MFC m1は約180ml/min、MFC m2は約60ml/min、MFC m3は約200ml/minで送出するように設定している。

【0021】

反応性ガスタンク6は、反応性ガス用恒温水槽61を用いることでH2Oを約25度に保温しており、キャリアガスを受け付けて、反応性ガス（H2O）を出力するように構成してある。

【0022】

原料ガスタンク7は、原料ガス用恒温水槽71を用いることでTMAを約20度に保温しており、キャリアガスを受け付けて、原料ガス（TMA）を出力するように構成してある。

【0023】

成膜室8は約10~0.1Torrの減圧状態に保たれており、抵抗加熱を行うヒータ81を備えている。ヒータ81は、ヒータ81上に設置されたSi基板82の表面温度が250~300度となるように設定してある。

【0024】

ポンプ9は各ガスの吸引を行うものであり、且つ、成膜室内を減圧に保つためのものである。

【0025】

各部間の配管について以下に説明する

【0026】

MFC m1は反応性ガス用キャリアガス供給配管aを介して反応性ガスタンク6へ接続されており、反応性ガスタンク6は更に反応性ガス供給配管1を介して成膜室8へ接続されている。

【0027】

MFC m2は原料ガス用キャリアガス供給配管bを介して原料ガスタンク7へ接続されており、原料ガスタンク7は更に原料ガス供給配管2を介して成膜室8へ接続されている。

【0028】

反応性ガス供給配管1と原料ガス供給配管2とは互いに独立に設けた配管であり、各ガスの流路は独立しており、これらの配管内で、各配管1, 2内を流通するガスが互いに混ざることはない。

【0029】

そして成膜室8は排気配管5によりポンプ9と接続されている。

【0030】

MFCm3にはバージガス供給配管3の入口が取り付けてあり、ポンプ9にはバイパス配管4（バイパスライン）の出口が取り付けられており、バージガス供給配管3の出口とバイパスライン4の入口とは開閉動作が可能な開閉バルブ3bを介して接続されている。

【0031】

次に、各配管間の接続について説明つつ、各配管を詳細に説明する。

【0032】

反応性ガス供給配管1の流路上には2つの、3方へ分岐した分岐バルブである3方バルブ1b1, 1b2が設けてあり、反応性ガス供給配管1には一対の開閉可能な前記3方バルブ1b1, 1b2で仕切ることによりそれら前記3方バルブ1b1, 1b2間に反応性ガス中間配管12を形成している。反応性ガス中間配管12の容積は約15m³である。

【0033】

反応性ガス供給配管1は、反応性ガス中間配管12へ反応性ガスを入力する反応性ガス中間配管入力部11と、反応性ガスを封入可能な反応性ガス中間配管12と、反応性ガスを成膜室8へ出力する反応性ガス中間配管出力部13とからなる。

【0034】

3方バルブはその3つのポートの内の任意の1つのポートを閉止することでガスの送出方向を定めることができるものであり、ここでは電磁力で駆動する3方電磁バルブを用いているが、エア駆動タイプのものでもよい。

【0035】

反応性ガス中間配管12の入口にある反応性ガス中間配管入口バルブ1b1は反応性ガス中間配管入力部11と、反応性ガス中間配管12と、配管間接続を行う反応性ガス用バージガス供給枝配管3p1とに接続されており、反応性ガス用バージガス供給枝配管3p1はバージガス供給配管3へ接続されている。

【0036】

また、反応性ガス中間配管12の出口にある反応性ガス中間配管出口バルブ1b2は反応性ガス中間配管12と、反応性ガス中間配管出力部13と、配管間接続を行う反応性ガス用バイパス枝配管4p1とに接続されており、反応性ガス用バイパス枝配管4p1はバイパス配管4へ接続されている。

【0037】

原料ガス供給配管2の流路上には2つの、3方へ分岐した分岐バルブである3方バルブ2b1, 2b2が設けてあり、原料ガス供給配管2には一対の開閉可能な前記3方バルブ2b1, 2b2で仕切ることによりそれら前記3方バルブ2b1, 2b2間に原料ガス中間配管22を形成している。原料ガス中間配管22の容積は約5m³である。

【0038】

原料ガス供給配管2は、原料ガス中間配管22へ原料ガスを入力する反応性ガス中間配管入力部21と、原料ガスを封入可能な原料ガス中間配管22と、原料ガスを成膜室へ出力する原料ガス中間配管出力部23とからなる。

【0039】

原料ガス中間配管22の入口にある原料ガス中間配管入口バルブ2b1は原料ガス中間配管入力部21と、原料ガス中間配管22と、配管間接続を行う原料ガス用バージガス供給枝配管3p2とに接続されており、原料ガス用バージガス供給枝配管3p2はバージガス供給配管3へ接続されている。

【0040】

また、原料ガス中間配管22の出口にある原料ガス中間配管出口バルブ2b2は原料ガス中間配管22と、原料ガス中間配管出力部23と、配管間接続を行う原料ガス用バイパス枝配管4p2とに接続されており、原料ガス用バイパス枝配管4p2はバイパス配管4へ接続されている。

【0041】

以下に本成膜装置の成膜動作の概略を示す。

【0042】

原料ガス（TMA）及び反応性ガス（H₂O）はバブリング法などの方法によって気化されてキャリアガスによってそれぞれ原料ガス供給配管2及び反応性ガス供給配管1を経由し成膜室8に供給される。

【0043】

ガスの供給手段に関して、バルブの動作方法を含めて説明する。

【0044】

図2にバルブの拡大図を示す。成膜前準備段階では、バルブ1b1, 1b2, 2b1, 2b2, 3bの各々は以下に示す向きに各ガスを送出している。

【0045】

開閉バルブ3bは開いており、バージガスをバイパス配管4へ送出している。反応性ガス中間配管入口バルブ1b1は反応性ガス用バージガス供給枝配管3p1側ポートを閉じ、反応性ガスを反応性ガス中間配管12へ送出している。反応性ガス中間配管出口バルブ1b2は反応性ガス中間配管出力部13側ポートを閉じ、反応性ガスを反応性ガスバイパス枝配管4p1を経てバイパス配管4へ送出している。原料ガス中間配管入口バルブ2b1は原料ガス用バージガス供給枝配管3p2側ポートを閉じ、原料ガスを原料ガス中間配管22へ送出している。原料ガス中間配管出口バルブ2b2は原料ガス中間配管出力部23側ポートを閉じ、原料ガスを原料ガス用バイパス枝配管4p2を経てバイパス配管4へ送出している。図2にバルブ1b1, 1b2, 2b1, 2b2, 3bのガス送出の向きを矢印の方向で示す。

【0046】

まず、成膜開始において、原料ガス（TMA）の供給を行う。

【0047】

原料ガス中間配管出口バルブ2b2の原料ガス用バイパス枝配管4p2側ポートを閉じ、原料ガスを原料ガス中間配管出力部23へ送出させ、図3の状態とし、成膜室8へ原料ガス（TMA）を供給する。図3の状態は、約0.5秒程度であり、この時間はバルブの動作時間に支配されており、より短くても良い。

【0048】

そして、原料ガスの基板上への堆積と、原料ガスのバージとを行う。

【0049】

開閉バルブ3bを閉じ、原料ガス中間配管入口バルブ2b1の原料ガス中間配管入力部21側ポートを閉じ、バージガスを原料ガス中間配管22へ送出させ、図4の状態のとし、原料ガス中間配管22内の容積（5m³）にある、原料ガス（TMA）を成膜室8に押し出し、原料ガスを基板上に堆積させ、原料ガス中間配管22内、原料ガス中間配管出力部23内および成膜室8内のバージを行う。図4の状態は約5秒程度である。

【0050】

この、原料ガス（TMA）供給開始から成膜室8内のバージ完了までの期間に反応性ガス中間配管12へ反応性ガスが封入されている。

【0051】

次に、反応性ガス（H₂O）の供給を行う。

【0052】

開閉バルブ3bを開き、バージガスをバイパス配管4へ送出し、原料ガス中間配管入口バルブ2b1の原料ガス用バージガス供給枝配管3p2側ポートを閉じ、原料ガスを原料ガス中間配管22へ送出し、原料ガス中間配管出口バルブ2b2の原料ガス中間配管出力部23側ポートを閉じ、原料ガスを原料ガス用バイパス枝配管4p2へ送出し、反応性ガス中間配管出口バルブ1b2の反応性ガス用バイパス枝配管4p1側ポートを閉じ、反応性ガス中間配管出力部13へ反応性ガスを送出することで図5の状態とし、成膜前準備段階と同様に原料ガスをバイパス配管4へ送出し、成膜室8へ反応性ガス（H₂O）を供給する。図5の状態は、約0.5秒程度であり、この時間はバルブの動作時間に支配されており、より短くても良い。

【0053】

そして、反応性ガスによる薄膜の成膜と、反応性ガスのバージとを行う。

【0054】

開閉バルブ3bを閉じ、反応性ガス中間配管入口バルブ1b1の反応性ガス中間配管入力部11側ポートを閉じ、バージガスを反応性ガス中間配管12へ送出することで図6の状態とし、反応性ガス中間配管12内の容積(15m1)にある、反応性ガス(H2O)を成膜室8に押し出し、基板上に薄膜を成膜し、さらに反応性ガス中間配管12内、反応性ガス中間配管出力部13内および成膜室8内のバージを行う。図6の状態は約5秒程度である。

【0055】

この、反応性ガス(H2O)供給開始から成膜室8内のバージ完了までの期間に原料ガス中間配管22への原料ガスの封入を行う。

【0056】

これで原料ガス(TMA)と反応性ガス(H2O)の供給が1サイクル行われたわけであるが、引き続き、図3の状態に戻って繰り返し、原料ガスと反応性ガスを交互に供給して、目的の膜厚まで成膜を行う。

【0057】

成膜室8に供給されるガスの経時変化のイメージを図7に示す。原料ガス及び反応性ガスの供給時間を極めて短い時間(バルブの開閉速度に律速)にすることが可能となり、これによって成膜速度を非常に速くすることができるようになる。

【0058】

なお、本実施形態を示す図1では、各中間配管入口バルブ1b1, 2b1及び各中間配管出口バルブ1b2, 2b2のバルブのタイプが3方バルブである場合を示したが、図8に示す2ポートを有するタイプのバルブを用いても良い。但し、分岐バルブである3方バルブを用いた方が、バルブの接続部分にデットスペースなく、ガスの置換がスムースに行われる。ガスの置換が確実且つスムースに行われることで、パーティクルの発生原因にならない。また電磁バルブである3方電磁バルブであれば高速駆動が可能であるため、より好ましい。

【0059】

また、原料ガス中間配管出口バルブ2b2から成膜室8までの間の原料ガス中間配管出力部23の長さを100mmとして、内径が3.1mm、6.3mm、9.4mmである3つの場合について本実施形態の動作の比較を行った。

【0060】

このとき、原料ガス中間配管出力部23の内容積は各々754mm³、3116mm³、6936mm³である。バージガス流量は200m1/miⁿであるから原料ガス中間配管出力部23内部を置換するには、各々0.2秒、0.93秒、2.1秒間必要と算出できる。この時間は本実施形態で定めた5秒間のバージ時間に対して短いものである。もし反応性ガスが成膜室8に供給されたとき原料ガス中間配管出力部23の内部はガス置換が不十分であれば、反応性ガス(H2O)にさらされるので、原料ガス中間配管出力部23内部でパーティクル(酸化アルミの粉体)が発生し、基板表面が汚染されてしまう。

【0061】

図16に上記の原料ガス供給配管2内径としたときのウエハに付着したパーティクル数を示した。内径が9.4mmである場合には、内径がより小さい3.1mm又は6.3mmである場合と比較して各径のパーティクルが非常に多く発生していることがわかる。この結果から、本実施形態で定めた約5秒間のバージ時間に対して2.1秒で置換できる原料ガス中間配管出力部23を用いた場合にも、ガスの温度、粘性などによって、置換が不十分な場合が発生することがわかる。

【0062】

この問題を避けるため、一般的にはバージガスを流す時間を長くして対応するが、それでは成膜時間が長くなりスループットの向上が期待できない。

【0063】

そこで、原料ガス中間配管出力部23内部がバージガスで素早く確実にバージできるようにするため原料ガス中間配管出力部23の内容積の調整をおこない、バージガスを流す時間を約5秒としたまま、2秒以下の時間でバージガスにより原料ガス中間配管22及び原料ガス中間配管出力部23を置換可能とすることで解決した。

【0064】

また、成膜室8の気圧が0.1 Torr、1 Torr、10 Torr、20 Torrである4つの場合について本実施形態の動作の比較を行った。

【0065】

成膜室8の圧力は先に示したとおり、通常0.1～10 Torrで制御される。この圧力の時、成膜室8内はバージガスによって置換される。原料ガス(TMA)の濃度の減衰に関して調べた結果を図10に示す。この結果より成膜室8内のガスバージ時間は2秒以下で原料ガス濃度は1/1000以下になった。

【0066】

ガス濃度が1/1000にならない条件、つまり成膜室8内の圧力が20 Torrの場合、2秒間でガスの切り替えを行うと、パーティクルが発生し、その量は約800以上となった。この原因はガスの置換が不十分な状態で反応性ガス(H2O)が成膜室8内に供給されるので、成膜室8の気相中で反応してパーティクル(酸化アルミの粉末)が発生することである。

【0067】

この場合、一般的にはバージガスを流す時間を長くして対応するが、それでは成膜時間が長くなりスループットの向上が期待できない。

【0068】

そこで、成膜室8内をバージガスで素早く、確実にバージできるようにするために、バージガスを流す時間を約5秒としたまま、成膜室8内を2秒以下でバージガスによって置換でき、更に、原料ガスのガス濃度が1/1000以下になるようにすることで解決できることがわかった。

【0069】

成膜室8のバージに関する具体的な問題の解決には、バージガスの供給を行う必要のある成膜室8内の体積や、成膜室8からの排気を速やかに行うために成膜室8を減圧するポンプ9の能力などが影響するため、ハードを適切に選ぶことが必要となるが、これらのハードを適切に選択し、バージガスによって成膜室8の置換に要する時間が2秒以下とし、原料ガスのガス濃度が1/1000以下とすると共に、原料ガス中間配管出力部23のバージ時間を2秒以下とすることで、従来に比べ、成膜工程におけるスループットを大幅に改善すると同時に良質な薄膜を低コストで生産することができる。

【0070】

なお、本実施形態では、成膜室8の体積を約2L(2.2L)、ポンプ9の吸気能力を約280m³/hrと設定している。

【0071】

以上のこととは原料ガス供給配管2に関して、記述をしたが、反応性ガス供給配管1においても同じことが言える。

【0072】

また、図1のように、反応性ガス(H2O)および原料ガス(TMA)の各供給配管1、2は成膜室8に独立につながっている。図11のように、例えば原料ガス中間配管出力部23と反応性ガス中間配管出力部13とが、接続部を含む成膜室8側の一部分を共有し、各供給配管1、2を途中から共通とした場合には、図17に示すように、各供給配管1、2を独立とする場合に比べ、多くのパーティクルが発生してしまうことがわかった。その原因は共通になっている配管内部に原料ガス分子が吸着した後、次に反応性ガスが配管内を流れることによって、原料ガス分子と反応性ガスが反応して、金属酸化物など(この場は酸化アルミ粉末、あるいはその中間生成物)が発生して、パーティクルになったためである。また、図17に示すように、各供給配管1、2を独立とする場合に比べ、膜厚の

均一性も悪くなることがわかった。その原因是金属酸化物などの中間生成物が膜中に吸着、堆積し酸化膜などになるためである。

【0073】

このように、パーティクルが含まれたり膜厚の均一性の悪い金属酸化膜などは膜密度が不十分で欠陥も多く、膜質が悪化してしまう。

【0074】

よって、反応性ガス及び原料ガスの供給配管1, 2は独立に成膜室8につながっている構造がより優れていることがわかった。

【0075】

原料ガスと反応性ガスは途中で共通した配管を用いることは良くないことはわかったが、異なる種類の原料ガス配管どうしも共通配管を用いない方がよいことがわかっている。

【0076】

複合酸化膜として $HfAlO_x$ 膜を成膜する時の例として、原料ガスとしてTMAとTDMAH（テトラキスジメチルアミノハフニウム： $Hf[N(CH_3)_2]_4$ ）とを用い、反応性ガスとして H_2O を用いた場合の装置の概略図を図12（各原料ガス供給配管を独立とした場合）と図13（各原料ガス供給配管を共通にした場合）に示す。

【0077】

TMAとTDMAHの原料は互いに反応するので、原料ガス配管を共通にした場合は、パーティクルの発生などが懸念される。原料ガスの化合物の組み合わせを考慮しなくても自由に選択することが出来る、各供給配管が独立して、成膜室につながっている構造の成膜装置の方が良いことがわかった。

【0078】

先に示した実施形態のもと、1度に供給する反応性ガス（ H_2O ）の供給量を変化させて Al_2O_3 （酸化アルミ）薄膜の成膜を行った。このときの結果を示す。図14に反応性ガス（ H_2O ）の供給量と Al_2O_3 膜の析出速度の関係を示す。反応性ガス（ H_2O ）の供給量の上昇に伴い、析出速度は増加する。約 $0.15 \mu mol/cm^2$ 以上の供給量では成膜速度は一定になり、飽和した。これより H_2O 供給量は $0.15 \mu mol/cm^2$ 以上供給することが必要であることがわかった。この反応性ガスの供給量が不足した場合、反応が完全に終了しないことが推測でき、膜中に原料起因の不純物、この場合はTMAの加水分解反応が不十分で膜中に CH_3 基（メチル基）の主にカーボンが残ってしまい、膜質を劣化させてしまうことが懸念される。

【0079】

反応性ガスの供給量を変化させた場合を示したが、原料ガスの場合も示す。原料ガスにTDMAHを用い、反応性ガスに H_2O を用いて HfO_2 膜（酸化ハフニウム）を成膜する場合で、一度に供給するTDMAHのガスの供給量を変化させて HfO_2 薄膜の成膜を行った。図15にその結果を示す。TDMAHのガスの供給量の上昇にともない、析出速度は増加する。約 $0.2 \mu mol/cm^2$ 以上の供給量では成膜速度は一定になり、飽和した。これよりTDMAH供給量は $0.2 \mu mol/cm^2$ 以上供給することが必要であることがわかった。原料ガスの供給量が不足した場合、原料ガスの供給むらによって膜厚分布が悪くなることが懸念される。

【0080】

以上のように原料ガス及び反応性ガスの供給量を制御する必要がある。供給量を制御する手段として例えば、各中間配管12, 22にガスを充填する際に個別のポンプ91、92を用いて中間配管12, 22内部の圧力を調整して供給を行うガスの濃度を制御する方法がある。

【0081】

その濃度調整手段を備えた成膜装置の具体的な構成を以下に示す。

【0082】

濃度調整手段としては、図9に示すように、新たに原料ガス用調圧ポンプ92と反応性ガス用調圧ポンプ91とを設けたものであり、その各部へ接続する配管として、反応性ガ

ス用調圧ポンプ91へ接続する反応性ガス用バイパス配管41と、原料ガス用調圧ポンプ92へ接続する原料ガス用バイパス配管42とを設け、その各配管へ接続する配管として、反応性ガス用バイパス配管41へ接続する反応性ガス用調圧配管41cと、原料ガス用バイパス配管42へ接続する原料ガス用調圧配管42cとを設けている。

【0083】

そして、成膜装置へ前記濃度調整手段の接続を行うため、先の実施形態からはバイパス配管4を取り除き、バージガス供給配管3を、反応性ガス用バージガス供給配管31及び原料ガス用バージガス供給配管32に分けている。

【0084】

また、その配管間接続の変更として、まず、反応性ガス用バージガス供給配管31と、反応性ガス用バイパス配管41とを開閉バルブ31bを介して接続しており、原料ガス用バージガス供給配管32と原料ガス用バイパス配管42配管とを開閉バルブ32bを介して接続しており、次に、各枝配管31p1, 41p1, 32p2, 42p2の接続の変更として、反応性ガス用バージガス供給枝配管31p1は、反応性ガス用バージガス供給配管31と反応性ガス中間配管入口バルブ1b1とに接続し、反応性ガス用バイパス枝配管41p1は、反応性ガス用バイパス配管41と反応性ガス中間配管出口バルブ1b2とに接続しており、原料ガス用バージガス供給枝配管32p2は、原料ガス用バージガス供給配管32と原料ガス中間配管入口バルブ2b1とに接続し、原料ガス用バイパス枝配管42p2は、原料ガス用バイパス配管42と原料ガス中間配管出口バルブ2b2とに接続してある。

【0085】

本濃度調整手段を備えた成膜装置を用いて濃度調整を行うには、反応性ガス用調圧配管41cへ反応性ガスを、原料ガス用調圧配管42cへ原料ガスを送出し続けることで、反応性ガス中間配管12及び原料ガス中間配管22内の反応性ガス及び原料ガスの封入時に所望の一定の濃度とすることが可能となり、その供給時には成膜室へ至る反応性ガス及び原料ガスの濃度を0.15μmol/cm²以上とすることが可能となる。

【0086】

図18は本発明のスループットと、従来例のスループットとの比較結果を示す表である。表は3種類の薄膜について成膜に要する時間を示しており、A12O3を40cycle、HfO₂を40cycle、HfAlO_xを40cycle行うのに要する時間を表している。(cycleについては図7参照)

【0087】

表より、従来の技術を用いた成膜装置に比べ、本発明を用いた成膜装置のスループットは大幅に改善されていることがわかる。

【図面の簡単な説明】

【0088】

【図1】本発明の実施形態における成膜装置の概略を示す構成図

【図2】同実施形態における成膜装置の動作状態の一例を表す図

【図3】同実施形態における成膜装置の動作状態の一例を表す図

【図4】同実施形態における成膜装置の動作状態の一例を表す図

【図5】同実施形態における成膜装置の動作状態の一例を表す図

【図6】同実施形態における成膜装置の動作状態の一例を表す図

【図7】成膜室に供給されるガスの経時変化のイメージ図

【図8】2ポートバルブを用いて構成した本発明の別の実施形態の概略を表す構成図

【図9】原料ガス中間配管内及び反応性ガス中間配管内のガス濃度を制御可能とした本発明の別の実施形態の概略を表す構成図

【図10】成膜室内圧力が0.1~20Torrであるときのバージ時間と残存する原料ガスの濃度の減衰との関係を示すグラフ

【図11】原料ガス及び反応性ガスの各中間配管出力部の一部を共通とした本発明の別の実施形態の概略を示す構成図

【図12】複数の原料ガスを用いて成膜を行う場合での、本発明の別の実施形態の概略を示す構成図

【図13】複数の原料ガスを用いて成膜を行う場合に供給配管の一部を共有する、本発明の別の実施形態の概略を示す構成図

【図14】反応性ガス（H₂O）供給量と成膜速度の関係を表すグラフ

【図15】T DMAHガス供給量と成膜速度の関係を表すグラフ

【図16】配管長を100mmとした場合に供給ガス配管の内径とパーティクルの量の関係を示す表

【図17】供給配管を独立にした場合と共通にした場合の、パーティクルの量及び膜圧の均一性に関する比較結果を示す表

【図18】本発明を用いた成膜装置のスループットと従来技術を用いた成膜装置のスループットとの比較結果を示す表

【符号の説明】

【0089】

1 … 反応性ガス供給配管

1 2 … 中間配管（反応性ガス中間配管）

1 b 1 … 反応性ガス中間配管入口バルブ

1 b 2 … 反応性ガス中間配管出口バルブ

2 … 原料ガス供給配管

2 2 … 中間配管（原料ガス中間配管）

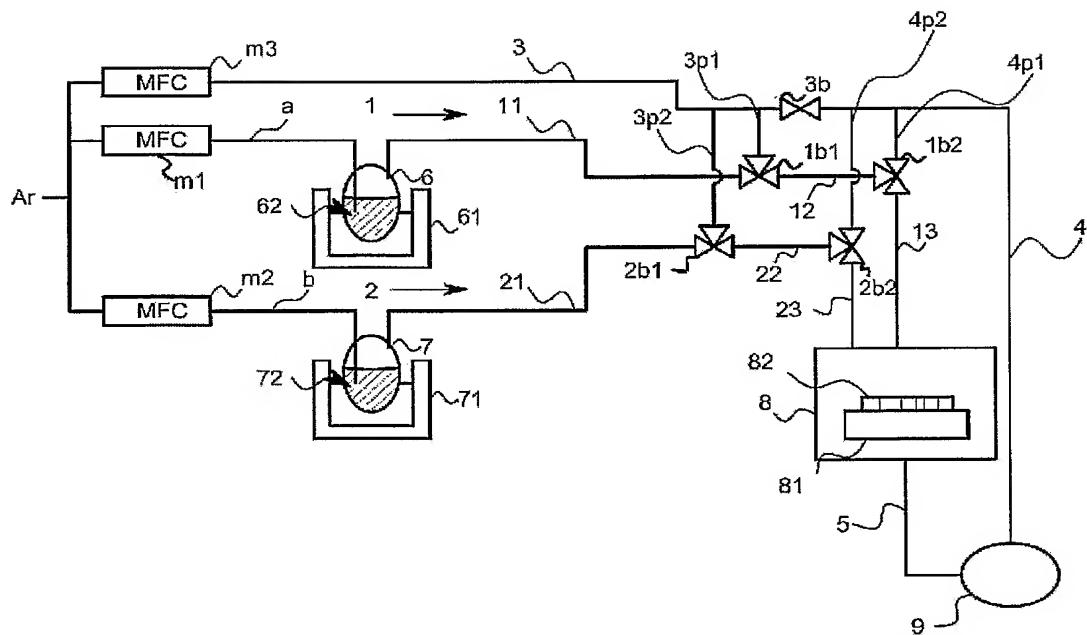
2 b 1 … 原料ガス中間配管入口バルブ

2 b 2 … 原料ガス中間配管出口バルブ

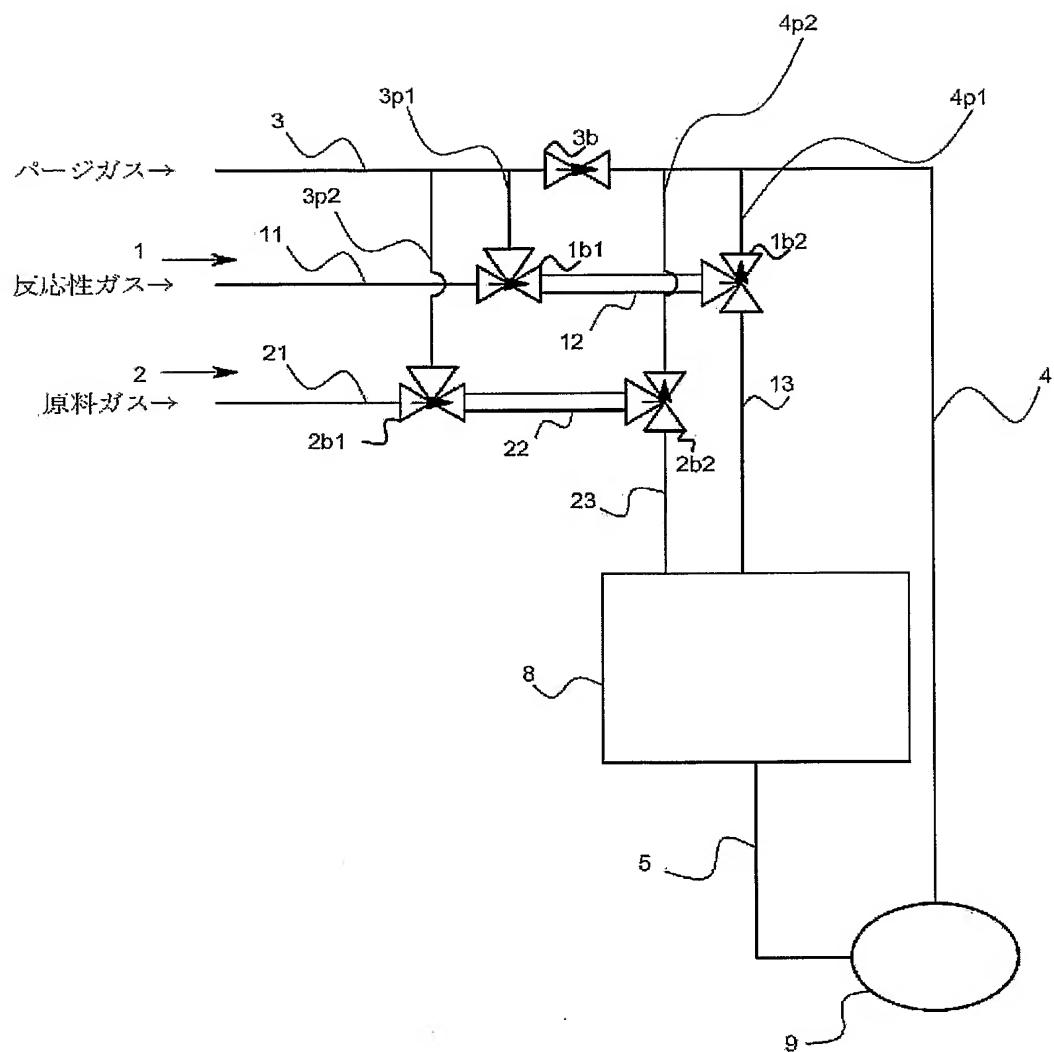
3 … パージガス供給配管

8 … 成膜室

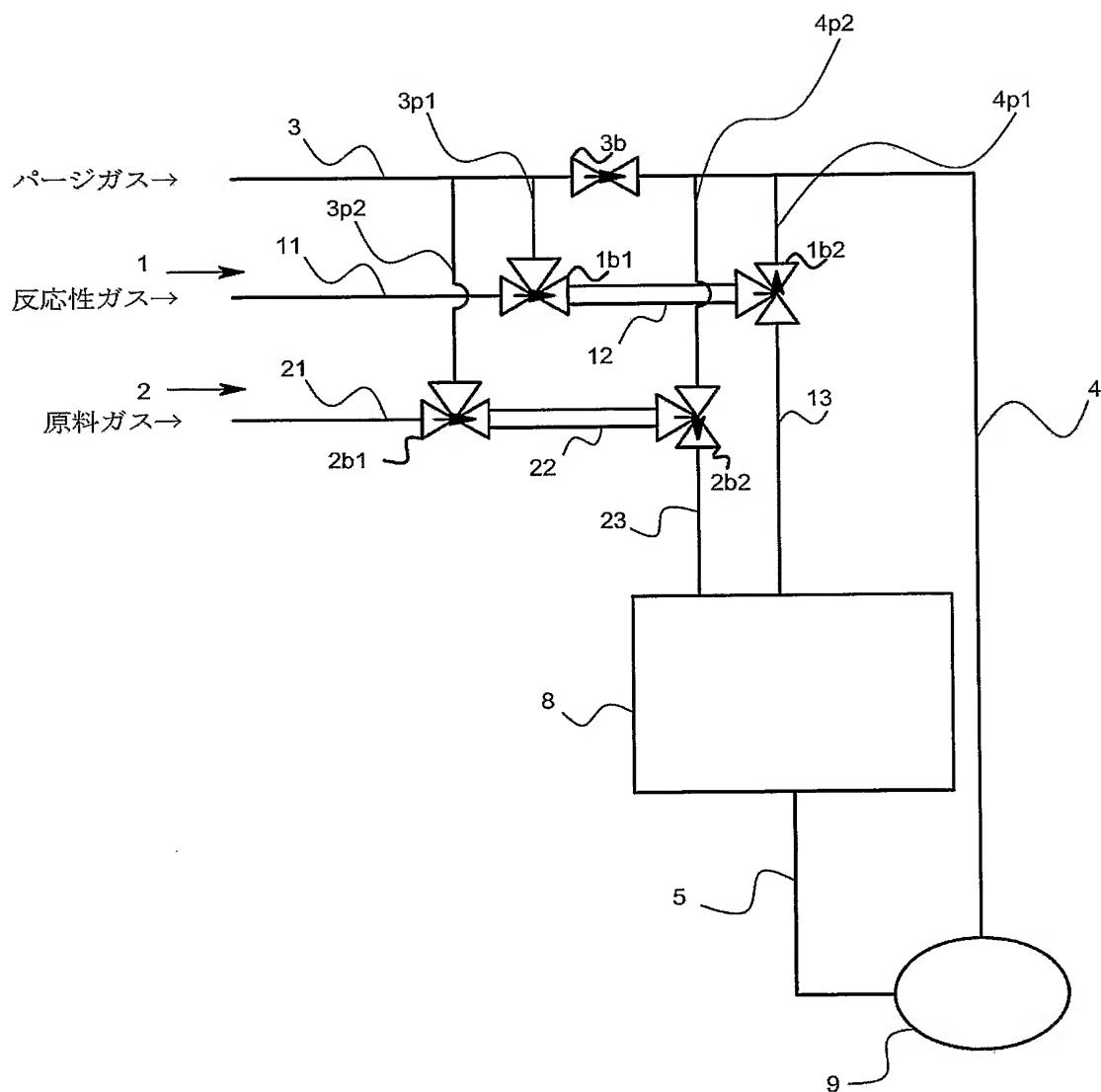
8 2 … 基板

【書類名】図面
【図 1】

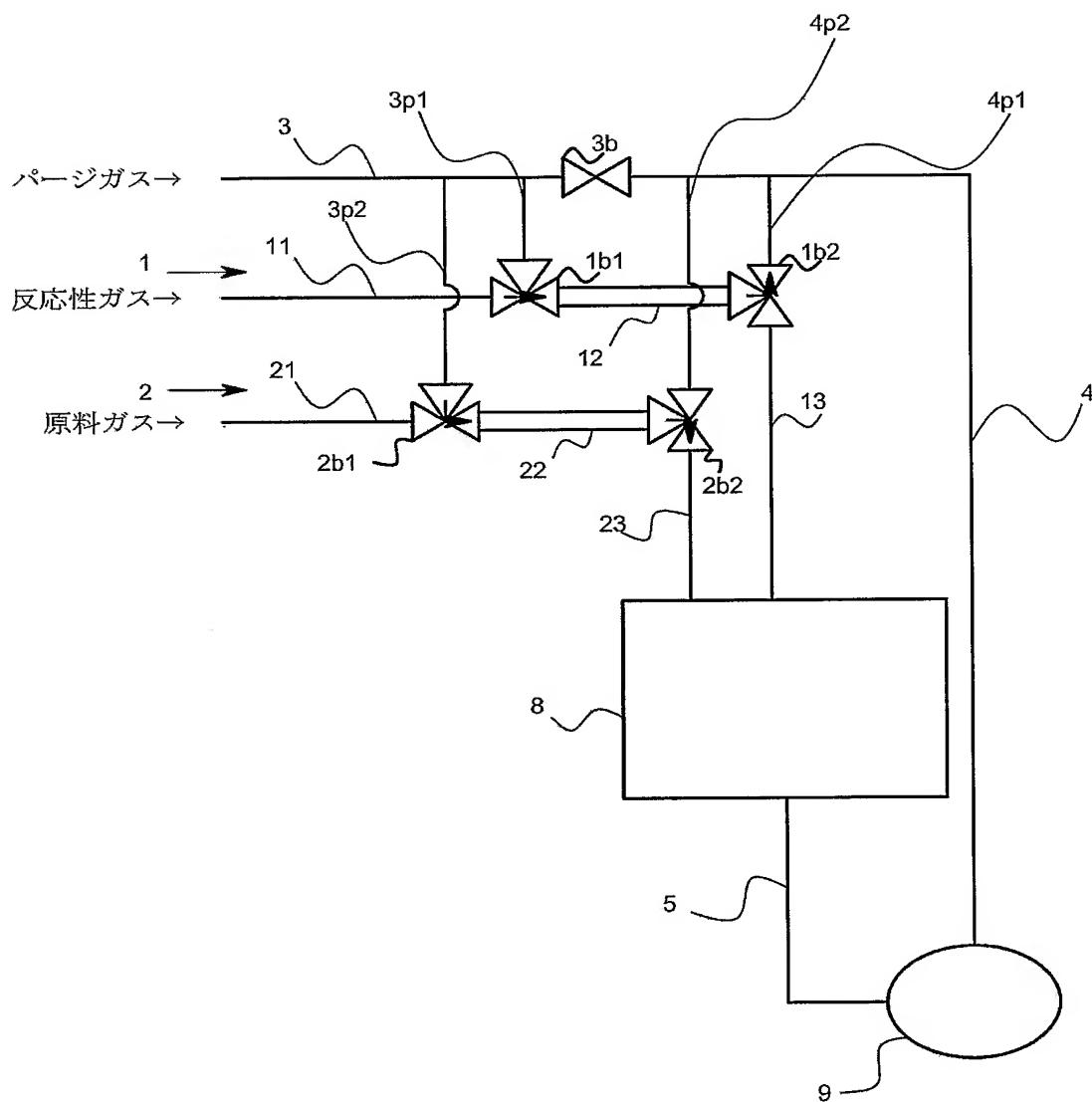
【図2】



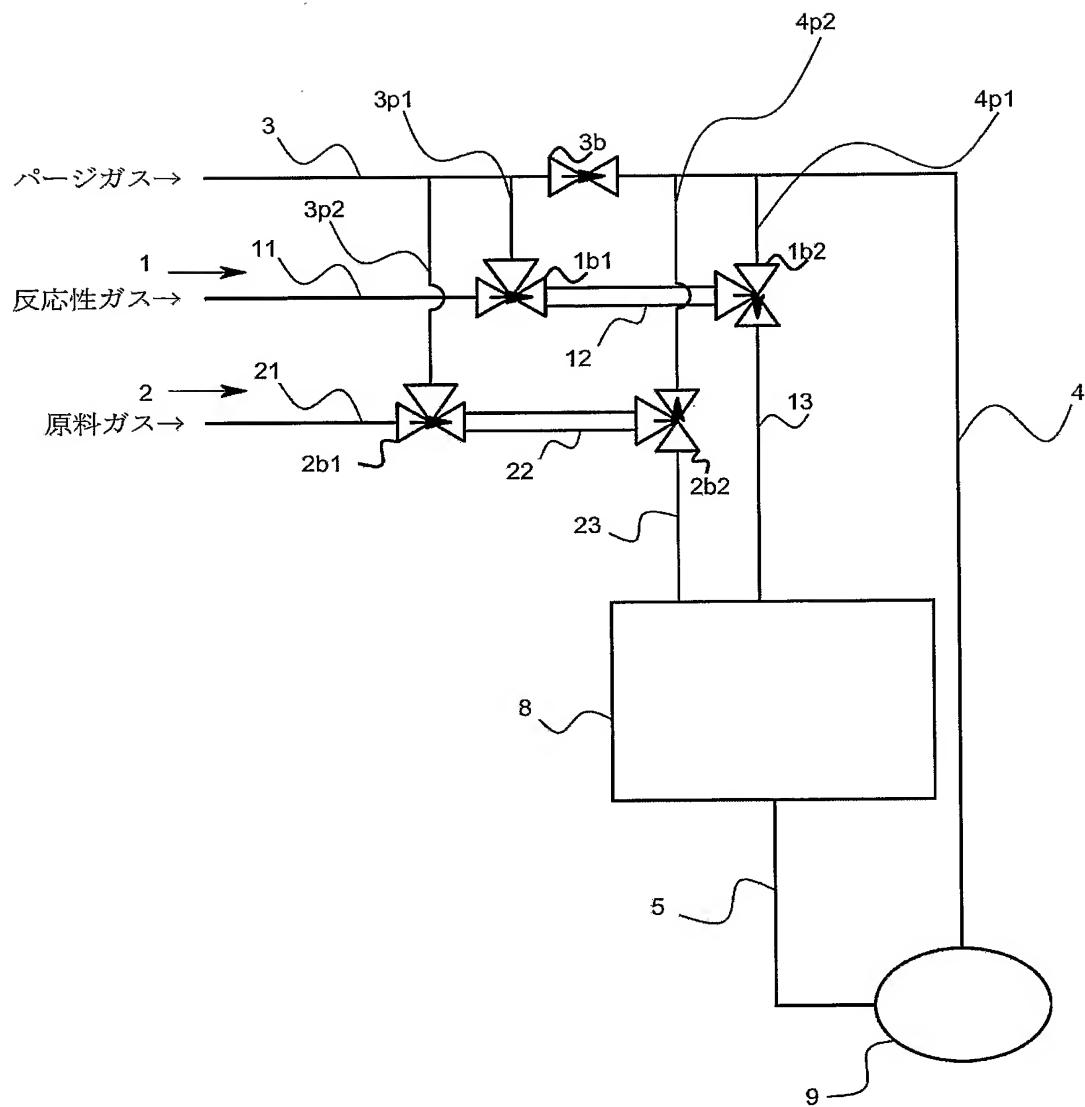
【図3】



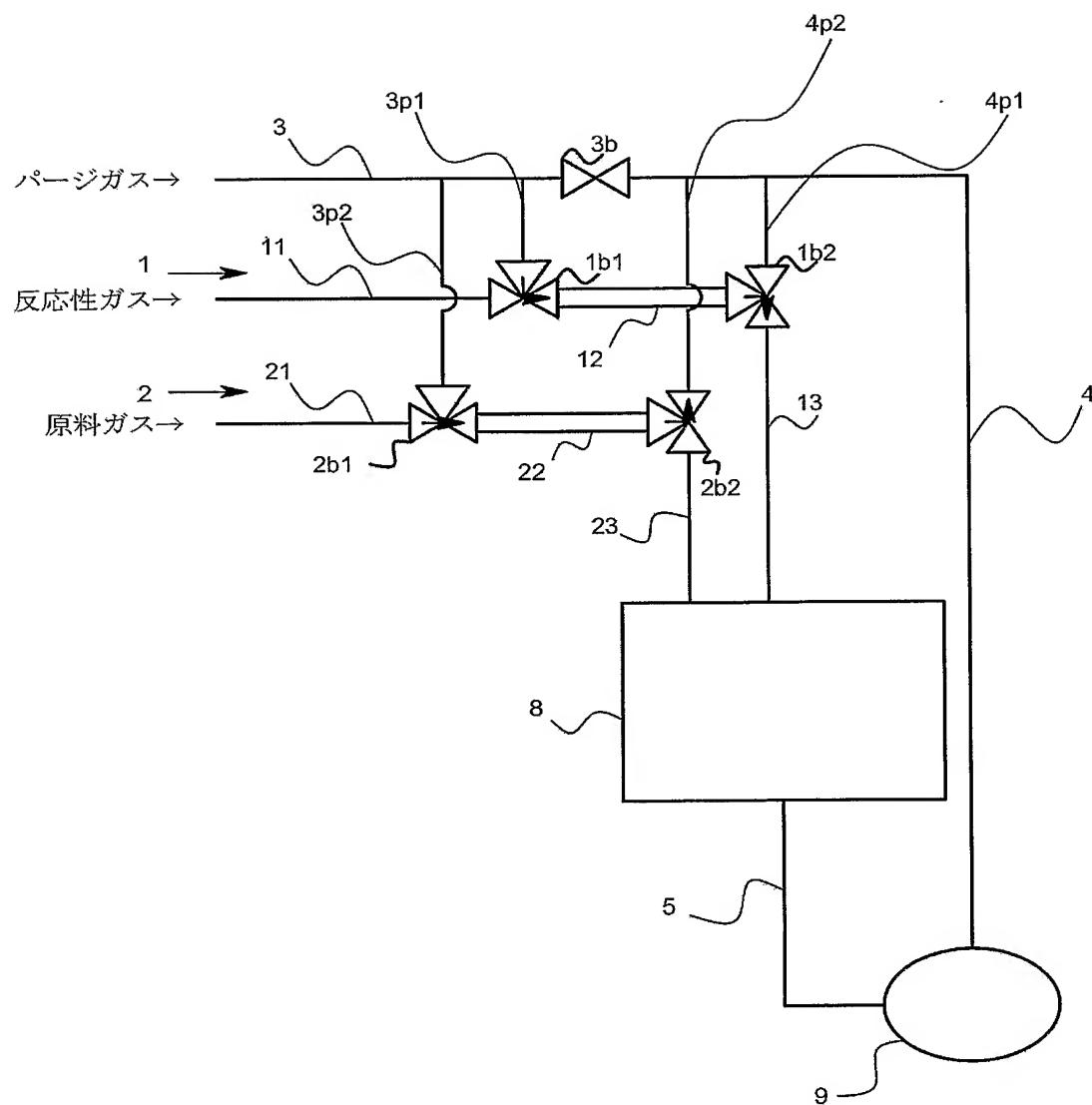
【図4】



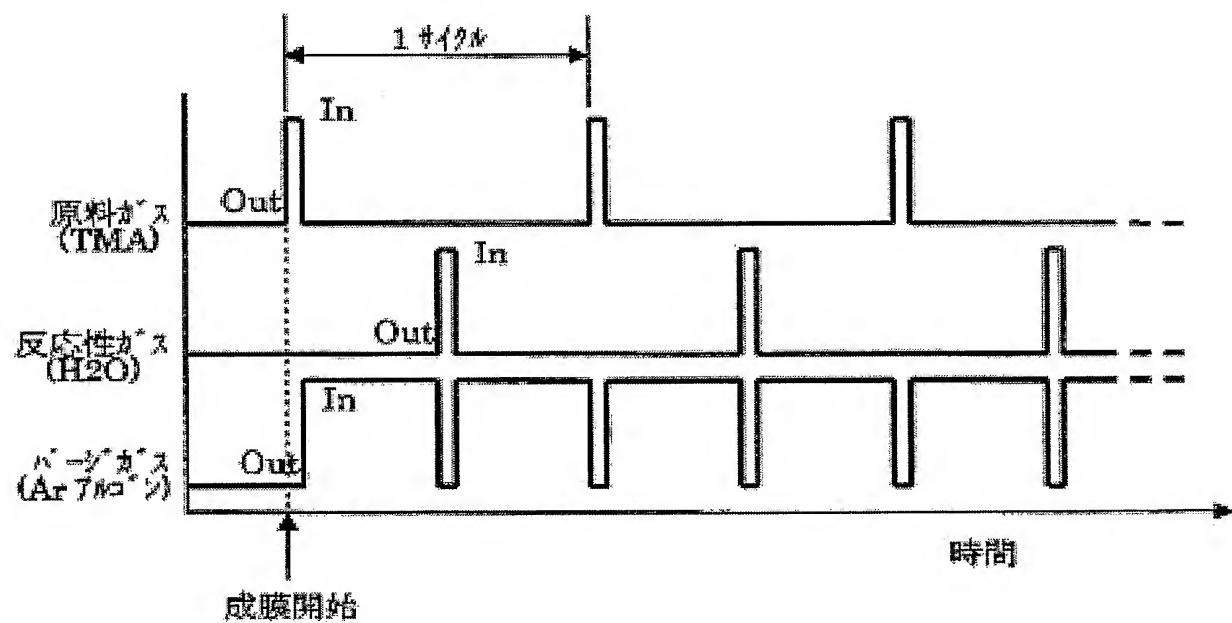
【図5】



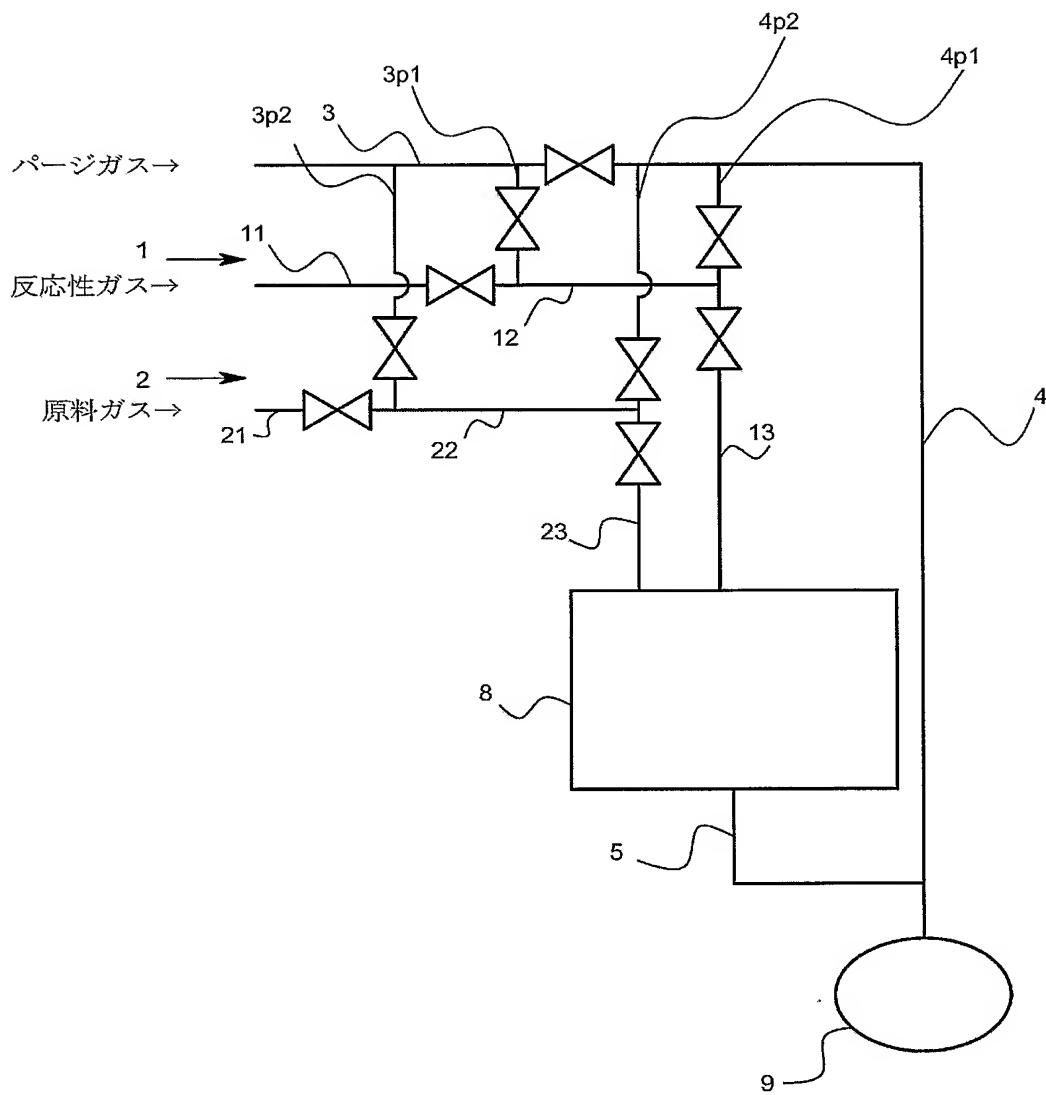
【図 6】



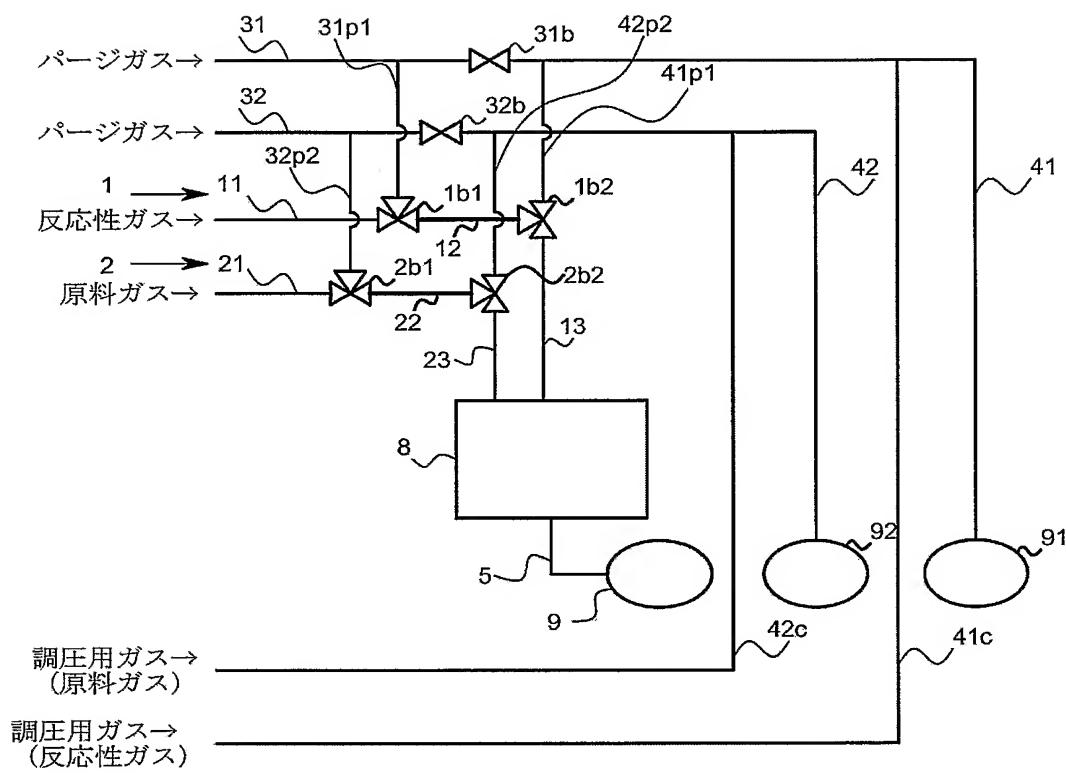
【図7】



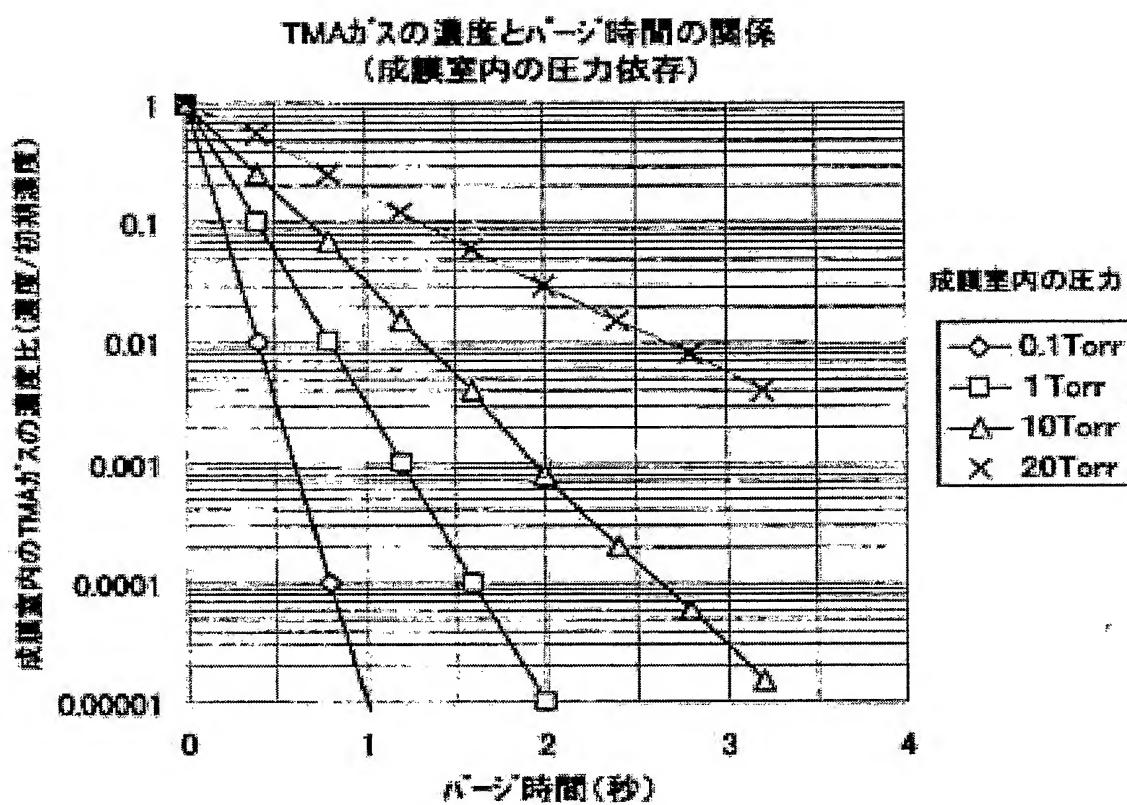
【図8】



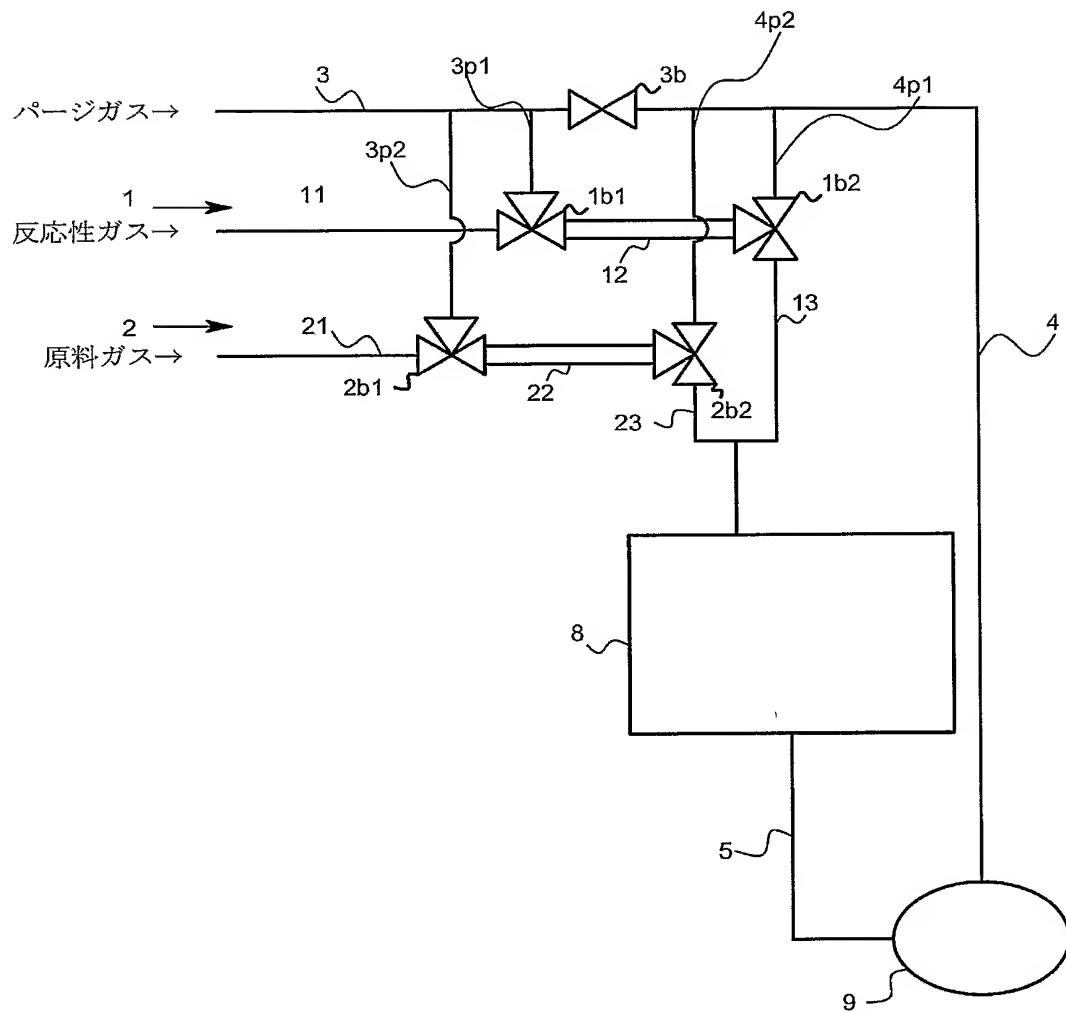
【図 9】



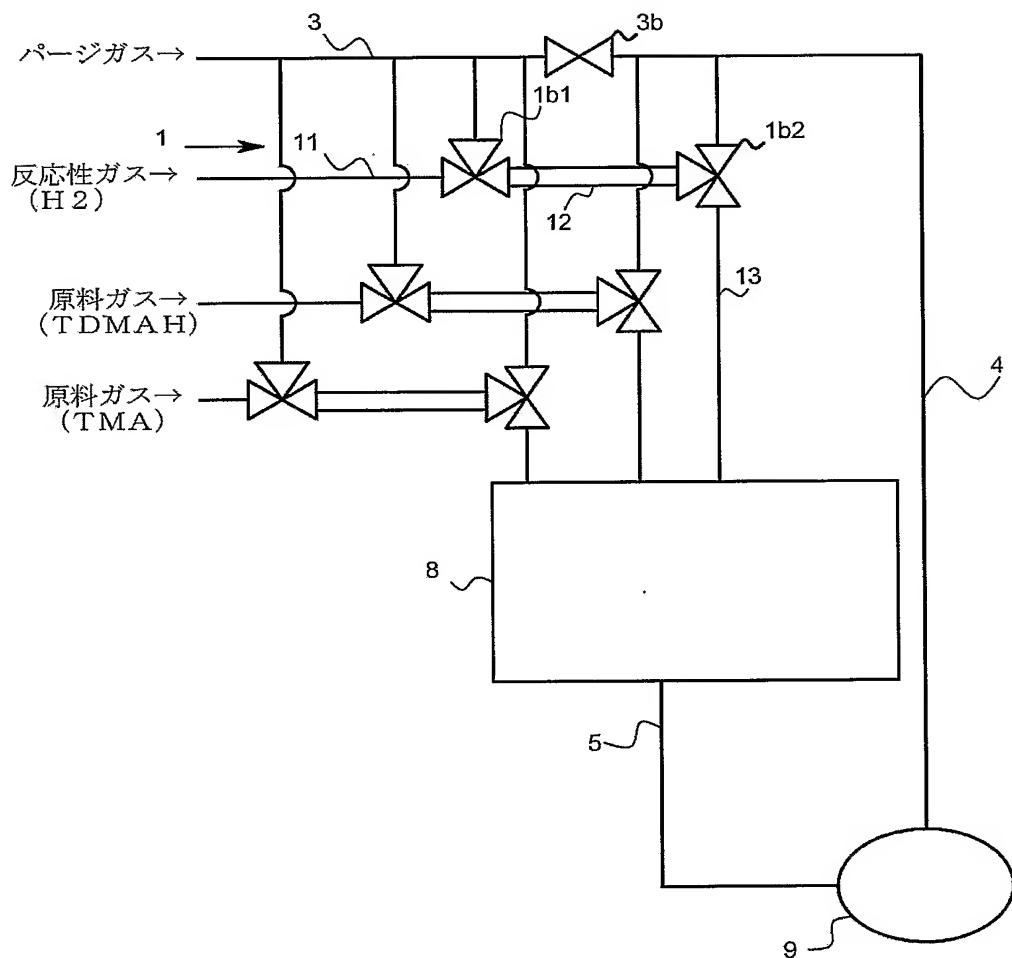
【図10】



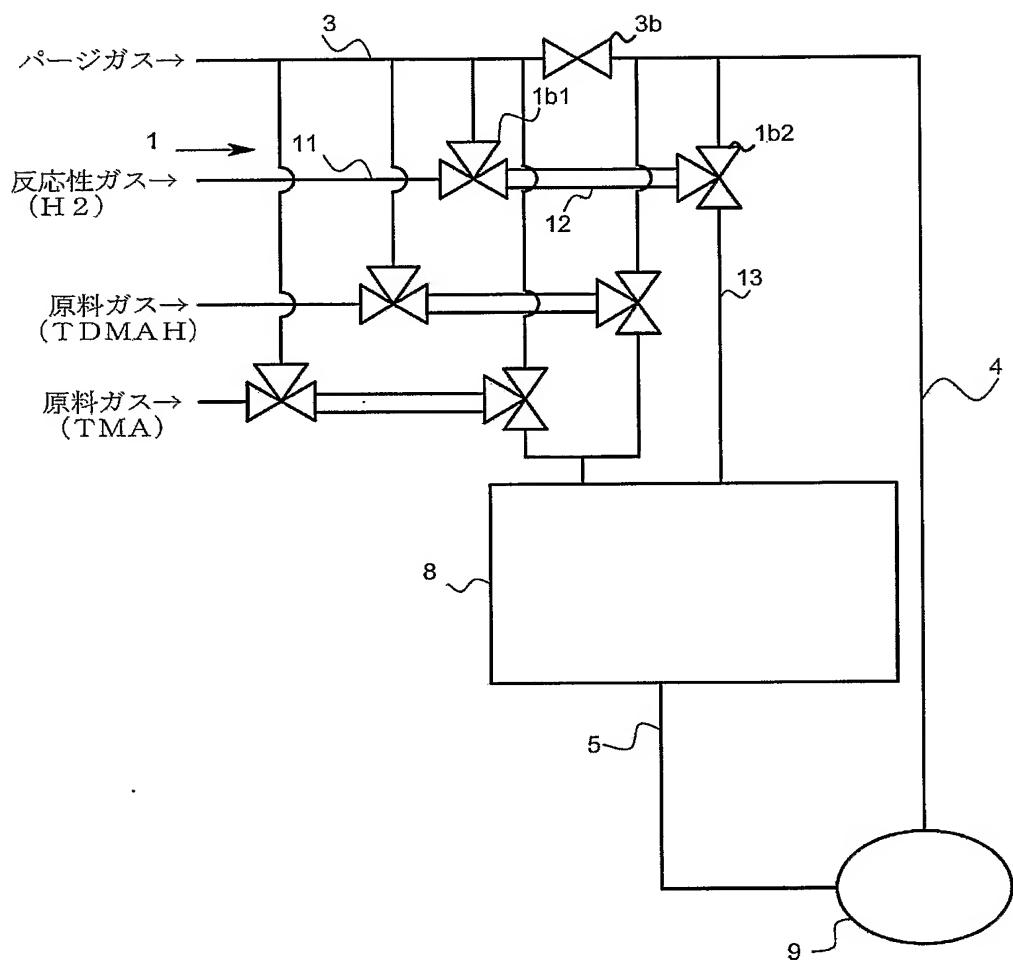
【図11】



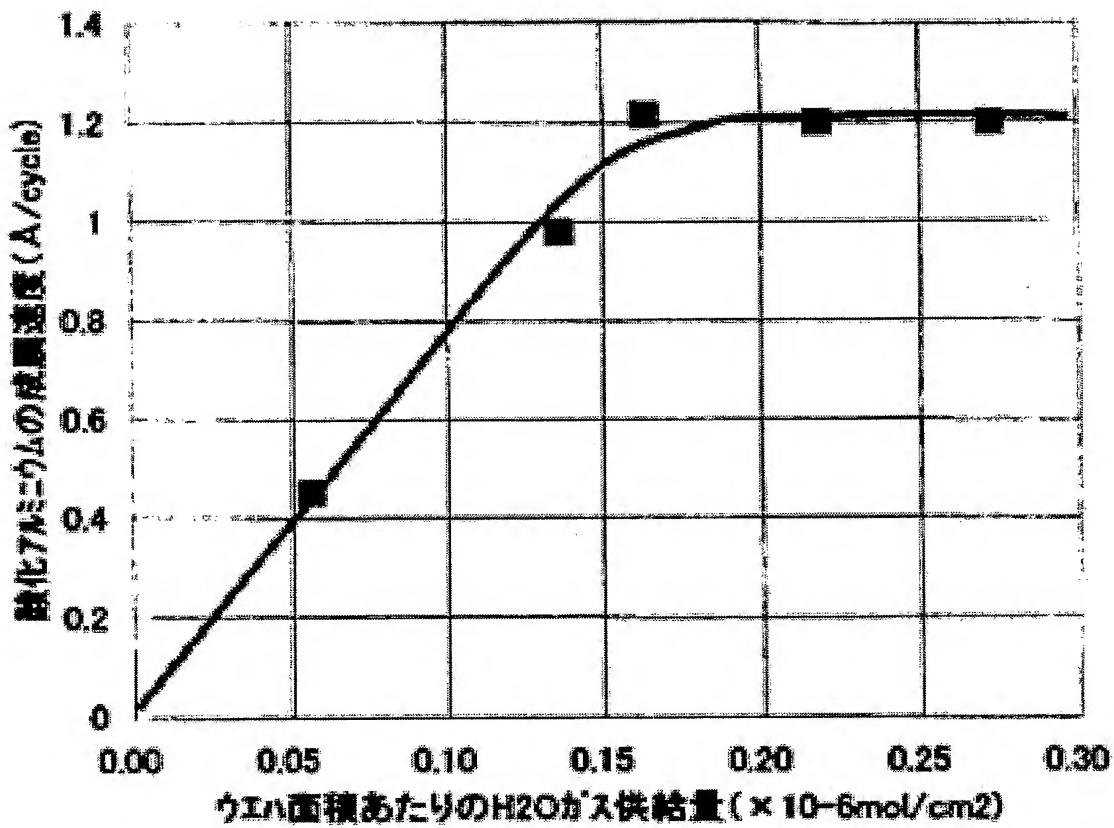
【図12】



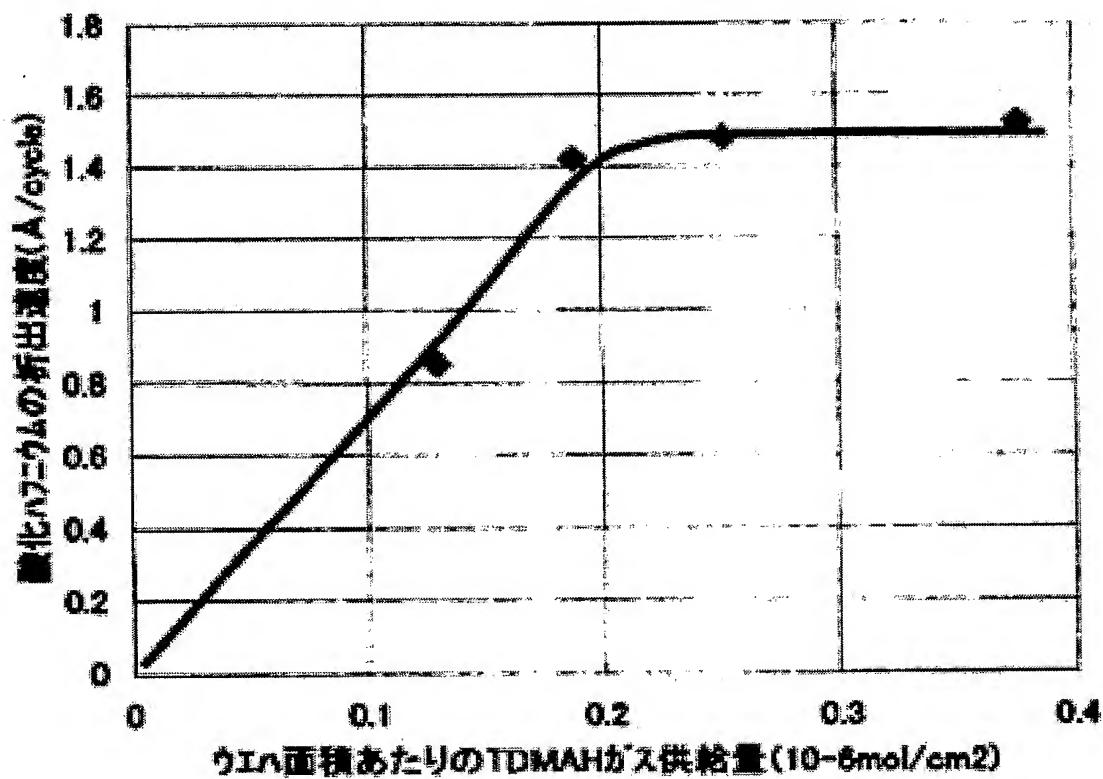
【図 1 3】



【図14】



【図15】



【図16】

	0.1~5 μ m 径の パーティクルの数	0.2~5 μ m 径の パーティクルの数
ガス供給配管内径 3.1mm の場合	21	9
ガス供給配管内径 6.3mm の場合	29	11
ガス供給配管内径 9.4mm の場合	421	297

【図17】

	0.2~5μm径の パーティクルの数	膜厚均一性(%)
独立にした 場合	11	±1.2
共通にした 場合	850	±10.6

【図18】

条件	従来の技術	本発明
Al₂O₃ (40cycles)	3320sec	160sec
HfO₂ (40cycles)	3620sec	360sec
HfAlO_x (40cycles)	3545sec	360sec

【書類名】要約書

【要約】

【課題】成膜工程におけるスループットを改善すると同時に良質な薄膜を低成本で生産する。

【解決手段】成膜室8と、前記成膜室8へ原料ガスを供給する原料ガス供給配管2と、前記成膜室8へ反応性ガスを供給する反応性ガス供給配管1と、前記原料ガス及び前記反応性ガスをバージするバージガスを供給するバージガス供給配管3とを備え、前記原料ガスの供給又は反応性ガスの供給とバージとを交互に行うことにより、前記成膜室8内で基板82上に薄膜を成膜する成膜装置であって、

前記原料ガス供給配管2の一部又は全部に設定され、前記原料ガスの非供給時に前記原料ガスを封入し得る、一定容積を有した中間配管22、及び／又は前記反応性ガス供給配管1の一部又は全部に設定され、前記反応性ガスの非供給時に前記反応性ガスを封入し得る、一定容積を有した中間配管12を備えていることを特徴とする成膜装置。

【選択図】図1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2004-000685
受付番号	50400007408
書類名	特許願
担当官	神田 美恵 7397
作成日	平成16年 4月 7日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成16年 1月 5日
【特許出願人】	
【識別番号】	000155023
【住所又は居所】	京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
【氏名又は名称】	株式会社堀場製作所
【特許出願人】	
【識別番号】	301021533
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関1-3-1
【氏名又は名称】	独立行政法人産業技術総合研究所
【特許出願人】	
【識別番号】	000005108
【住所又は居所】	東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地
【氏名又は名称】	株式会社日立製作所
【特許出願人】	
【識別番号】	000116024
【住所又は居所】	京都府京都市右京区西院溝崎町21番地
【氏名又は名称】	ローム株式会社
【代理人】	申請人
【識別番号】	100121441
【住所又は居所】	京都府京都市北区上賀茂岩ヶ垣内町15番地6
【氏名又は名称】	西村 竜平

【書類名】 手続補正書
【あて先】 特許庁長官殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2004- 685
【補正をする者】
【識別番号】 000155023
【氏名又は名称】 株式会社堀場製作所
【補正をする者】
【識別番号】 301021533
【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所
【補正をする者】
【識別番号】 503121103
【氏名又は名称】 株式会社ルネサステクノロジ
【補正をする者】
【識別番号】 000116024
【氏名又は名称】 ローム株式会社
【代理人】
【識別番号】 100121441
【弁理士】
【氏名又は名称】 西村 竜平
【発送番号】 015336
【手続補正1】
【補正対象書類名】 特許願
【補正対象項目名】 特許出願人
【補正方法】 変更
【補正の内容】
【特許出願人】
【持分】 040/100
【識別番号】 000155023
【氏名又は名称】 株式会社堀場製作所
【特許出願人】
【持分】 020/100
【識別番号】 301021533
【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所
【特許出願人】
【持分】 020/100
【識別番号】 503121103
【氏名又は名称】 株式会社ルネサステクノロジ
【特許出願人】
【持分】 020/100
【識別番号】 000116024
【氏名又は名称】 ローム株式会社

【手続補正2】
【補正対象書類名】 特許願
【補正対象項目名】 持分について証明する書面として知的財産権持分契約書
【補正方法】 追加
【補正の内容】
【提出物件の目録】
【物件名】 持分について証明する書面として知的財産権持分契約書

【その他】

株式会社ルネサステクノロジの識別番号を修正致しました。

【物件名】

持分について証明する書面として知的財産権持分契約書



【添付書類】

2 088

知的財産権持分契約書

独立行政法人産業技術総合研究所（以下「甲」という。）、株式会社堀場製作所（以下「乙」という。）、株式会社ルネサステクノロジ（以下「丙」という。）、ローム株式会社（以下「丁」という。）は、甲と技術研究組合超先端電子技術開発機構との間で平成14年4月1日付け締結された共同研究契約書「（研究題目）次世代半導体材料・プロセス基礎技術に関する研究」（以下「本共同研究契約書」）に基づき、甲研究員、乙研究員、丙研究員及び丁研究員が行った発明等に係る知的財産権（以下「本知的財産権」という。）の持分及び取扱いに關し、次のとおり契約する。

（知的財産権の持分）

第1条 甲、乙、丙及び丁は、持分を以下のとおり所有する。

発明等の名称：成膜装置と成膜方法

整理番号等：1-66-064

持 分：甲 20%、乙 40%、丙 20%、丁 20%

（独占的実施権の付与の有無等）

第2条 甲は、乙、丙及び丁に独占的実施権を、付与しない。

（知的財産権の管理費用）

第3条 甲、乙、丙及び丁は、管理（取得に係る費用を含む。以下同じ。）に要する費用を、持分に応じて負担するものとする。

（通常実施権の許諾等）

第4条 甲、乙、丙及び丁は、本知的財産権に係る発明等の明細書記載の情報を、それぞれが開示しようとする第三者に守秘義務等契約により守秘義務を課すことを条件として、当該情報を当該第三者に開示することができる。

2 甲、乙、丙及び丁は、前項により本知的財産権に係る発明等の明細書記載の情報を開示する場合、当該情報の範囲において、開示することに事前の同意をしたものとする。

3 甲、乙、丙及び丁は、相手方のいずれかから本知的財産権に係る通常実施権を許諾したい旨の通知を受けた場合、正当な理由がない限り、これに書面により同意するものとする。

（協議）

第5条 この契約で定めるもののほか、その取扱い及びその他必要な事項については、甲、乙、丙及び丁が協議して定める。

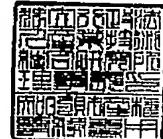
660-0012

2

この契約の締結を証するため、本契約書を5通作成し、双方記名押印の上、
甲、乙、丙及び丁それぞれ1通ずつ保有し、出願手続のために1通を使用する。

2004年 1月 5日

甲 住所 東京都千代田区霞が関1丁目3番1号
氏名 独立行政法人産業技術総合研究所
理事長 吉川弘之



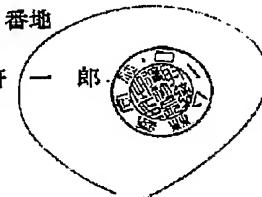
乙 住所 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
氏名 株式会社堀場製作所
代表取締役社長 堀場厚



丙 住所 東京都千代田区丸の内二丁目4番1号丸の内ビル
氏名 株式会社ルネサステクノロジ
代表取締役社長 伊藤達



丁 住所 京都府京都市右京区西院溝崎町21番地
氏名 ローム株式会社
代表取締役社長 佐藤研一郎



認定・付加情報

特許出願の番号	特願2004-000685
受付番号	20400360088
書類名	手続補正書
担当官	神田 美恵 7397
作成日	平成16年 4月 7日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成16年 2月24日
【補正をする者】	
【識別番号】	000155023
【住所又は居所】	京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
【氏名又は名称】	株式会社堀場製作所
【補正をする者】	
【識別番号】	301021533
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関1-3-1
【氏名又は名称】	独立行政法人産業技術総合研究所
【補正をする者】	
【識別番号】	503121103
【住所又は居所】	東京都千代田区丸の内二丁目4番1号
【氏名又は名称】	株式会社ルネサステクノロジ
【補正をする者】	
【識別番号】	000116024
【住所又は居所】	京都府京都市右京区西院溝崎町21番地
【氏名又は名称】	ローム株式会社
【代理人】	
【識別番号】	100121441
【住所又は居所】	京都府京都市北区上賀茂岩ヶ垣内町15番地6
【氏名又は名称】	西村 竜平
【提出された物件の記事】	
【提出物件名】	1

特願 2004-000685

出願人履歴情報

識別番号 [000155023]

1. 変更年月日 1990年 9月 3日

[変更理由] 新規登録

住所 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
氏名 株式会社堀場製作所

特願 2004-000685

出願人履歴情報

識別番号 [301021533]

1. 変更年月日 2001年 4月 2日

[変更理由] 新規登録

住所 東京都千代田区霞が関 1-3-1
氏名 独立行政法人産業技術総合研究所

特願 2004-000685

出願人履歴情報

識別番号 [000005108]

1. 変更年月日 1990年 8月 31日
[変更理由] 新規登録
住 所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地
氏 名 株式会社日立製作所

2. 変更年月日 2004年 9月 8日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都千代田区丸の内一丁目6番6号
氏 名 株式会社日立製作所

特願 2004-000685

出願人履歴情報

識別番号 [000116024]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住所 京都府京都市右京区西院溝崎町21番地
氏名 ローム株式会社

特願 2004-000685

出願人履歴情報

識別番号

[503121103]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

2003年 4月 1日

新規登録

東京都千代田区丸の内二丁目4番1号

株式会社ルネサステクノロジ